

EDICT OF GOVERNMENT

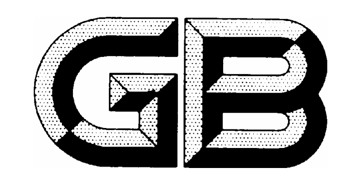
GB 22172 (2008) (Chinese): Paclobutrazol Technical



BLANK PAGE



ICS 65.100.20
G25



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

多效唑原药

Paclobutrazol Technical

（报批稿）

××××-××-××发布 ××××-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制的，其余是推荐的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（CSBTS/TC 133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位：四川省化学工业研究设计院、江苏建农农药化工有限公司、江苏七洲绿色化工股份有限公司、江苏剑牌农药化工有限公司

本标准主要起草人：许来威、张雪冰、邢红、段秀洪、许祥生、陈茹娟、周建华、胡春红。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

多效唑原药

该产品有效成分多效唑的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Paclobutrazol

CAS 登录号：[76738-62-0]

化学名称：(2RS,3RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-2-(1H-1,2,4-三唑-1-基)戊-3-醇

结构式：

和

实验式：$C_{15}H_{20}ClN_3O$

相对分子质量：293.8

生物活性：植物生长调节剂

熔点：165℃～166℃

蒸气压：1μPa（20℃）

相对密度（25℃）：1.22

溶解度（20℃，g/L）：水中 2.6×10^{-2}、丙酮 110、环己酮 180、二氯甲烷 100、正己烷 10、二甲苯 60、甲醇 150、丙二醇 50

稳定性：20℃贮存 2 年以上稳定；50℃贮存 6 个月以上稳定；在 pH4～9 水中稳定；在 pH7 条件下紫外光照射 10 天不降解。

1　范围

本标准规定了多效唑原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由多效唑和生产中产生的杂质组成的多效唑原药。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1601　农药pH值测定方法

GB/T 1604　商品农药验收规则

GB/T 1605—2001　商品农药采样方法

GB 3796　农药包装通则

GB/T 19138　农药丙酮不溶物测定方法

3　要求

3.1　组成和外观：本品应由多效唑和相关的生产杂质组成，应为白色至棕黄色固体，无可见的外来物和填加的改性剂。

3.2 多效唑原药应符合表 1 要求。

表1 多效唑原药质量控制项目指标

项目		指标
多效唑质量分数/%	≥	95.0
干燥减量/%	≤	0.5
pH 值范围		4.0～9.0
丙酮不溶物[a]/%	≤	0.5
a 正常生产时，丙酮不溶物每 3 个月至少测定一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按GB/T 1605—2001中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于250 g。

4.2 鉴别试验

红外光谱法——试样的红外光谱图与多效唑的标准红外光谱图（见图1），应没有明显区别。

液相色谱法——本鉴别试验可与多效唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中多效唑色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

气相色谱法——本鉴别试验可与多效唑质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中多效唑色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

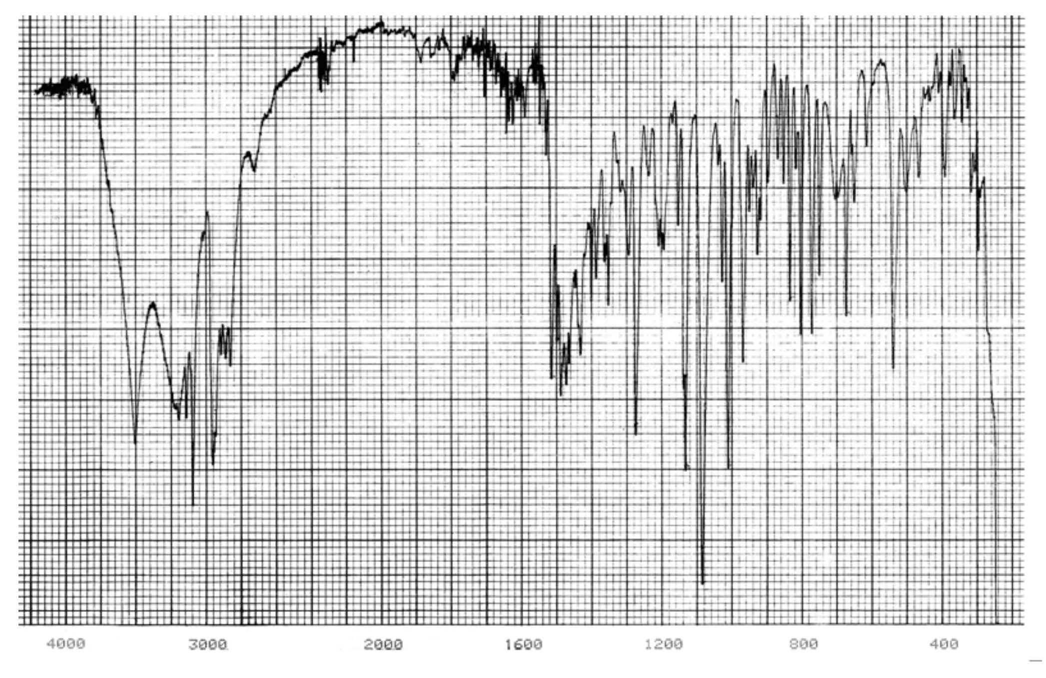


图1 多效唑的标准红外光谱图

4.3 多效唑质量分数的测定

4.3.1 液相色谱法（仲裁法）

4.3.1.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇-乙腈-水为流动相，选用Nova-pak C_{18}、5μm为填料的色谱柱和紫外可变波长检测器，对试样中的多效唑进行液相色谱分离和测定。

4.3.1.2　试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

乙腈：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

多效唑标样：已知含量，≥99.0%

4.3.1.3　仪器

液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器和定量进样阀；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：3.9 mm(id)×150 mm不锈钢柱，内装Nova-pak C_{18}、5μm填充物（或具有相同柱效的其它反相色谱柱）；

超声波浴槽；

微量进样器：≥50 μ L

4.3.1.4　液相色谱操作条件

流动相：ψ（$CH_3OH : CH_3CN : H_2O$）= 35 : 20 : 45;；

流动相流量：1.0 ml/min；

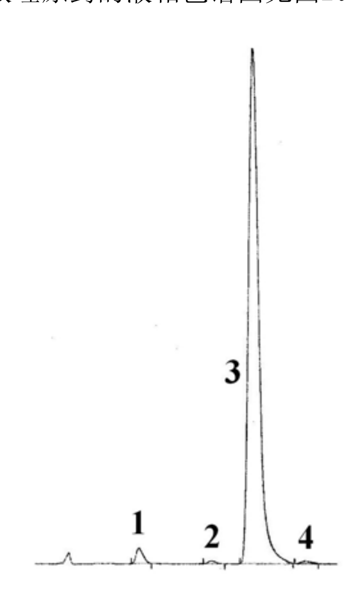
柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：230 nm；

进样体积：10　μ L；

保留时间（min）：4-H 多效唑 3.8、多效唑Ⅱ体 6.3、多效唑 7.7、氯唑酮 9.6。

上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的多效唑原药的液相色谱图见图2。



1——4-H 多效唑
2——多效唑Ⅱ体
3——多效唑
4——氯唑酮

图2　多效唑原药的液相色谱图

4.3.1.5　测定步骤

4.3.1.5.1　标样溶液的配制

称取多效唑标样0.10 g（精确至0.0002 g），置于50 ml容量瓶中，加入40 mL甲醇，放入超声波浴槽中超声溶解5 min。取出，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用移液管准确吸取5 ml，置于另一50 ml容量瓶中，加甲醇定容，摇匀。

4.3.1.5.2　试样溶液的配制

称取试样0.10 g（精确至0.0002 g），置于50 ml容量瓶中，加入40 mL甲醇，放入超声波浴槽中超声溶解5 min。取出，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用移液管准确吸取5 ml，置于另一50 ml容量瓶中，加甲醇定容，摇匀。

4.3.1.5.3　测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针多效唑峰面积相对变化小于1.0%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

4.3.1.6　计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中多效唑的峰面积分别进行平均。试样中多效唑的质量分数 ω_1（%）按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2} \cdots\cdots(1)$$

式中：

A_1——标样溶液中多效唑峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中多效唑峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克（g）；

m_2——试样的质量，单位为克（g）；

ω——标样中多效唑的质量分数，%　。

4.3.1.7　允许差

两次平行测定结果之差，应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2　气相色谱法

4.3.2.1　方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以三苯甲烷为内标物，使用HP-5（5%二苯基+95%二甲基聚硅氧烷）涂壁的石英毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的多效唑进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2　试剂和溶液

三氯甲烷；

三苯甲烷：不含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 5.8 g 三苯甲烷，于 1000 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

多效唑标样：已知含量，≥99.0%

4.3.2.3　仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱柱：30 m×0.32 mm (id) 石英毛细柱，内壁涂 HP-5（5%二苯基+95%二甲基聚硅氧烷），膜厚0.25μm；

色谱数据处理机或色谱工作站

4.3.2.4　气相色谱操作条件

柱室温度(程序升温)：起始 200℃，保持 8 min；再以 20℃/min 的速率升温至 250℃，保持 7 min；

气化室温度：280℃

检测器温度：280℃；

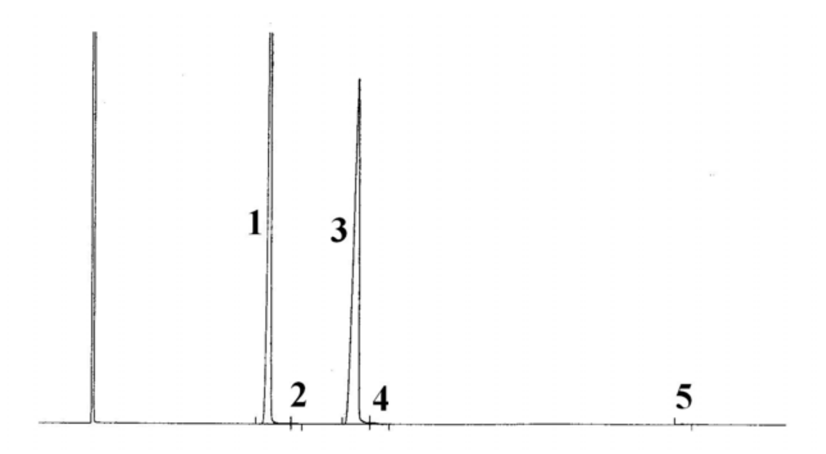
气体流量（mL/min）：载气（N_2）2.0、氢气 30、空气 300、补偿气（N_2）25；

分流比：40:1

进样量（μL）：1.0

保留时间（min）：内标物 5.0、氯唑酮 5.6、多效唑 6.9、多效唑Ⅱ体 7.2、4-H 多效唑 14.0。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的多效唑原药的气相色谱图见图3。



1——内标物（三苯甲烷）
2——氯唑酮
3——多效唑
4——多效唑Ⅱ体
5——4-H多效唑

图3 多效唑原药的气相色谱图

4.3.2.5 测定步骤

4.3.2.5.1 标样溶液的配制

称取多效唑标样0.10 g（精确至0.0002 g），置于一15 mL具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入1 0 mL内标溶液，溶解、摇匀。

4.3.2.5.2 试样溶液的配制

称取含多效唑0.10 g的试样（精确至0.0002 g），置于一15 mL具塞玻璃瓶中，用与4.3.2.5.1同一支移液管准确加入1 0 mL内标溶液，溶解、摇匀。

4.3.2.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针多效唑与内标物峰面积比的重复性，待相邻两针多效唑与内标物峰面积比的相对变化小于1.2%时，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.2.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中多效唑与内标物峰面积比分别进行平均。试样中多效唑的质量分数 ω_1（%）按式(2)计算：

$$\omega_1 = \frac{r_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{r_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (2)$$

式中：

r_1——标样溶液中，多效唑与内标物峰面积比的平均值；

r_2——试样溶液中，多效唑与内标物峰面积比的平均值；

m_1——多效唑标样的质量，单位为克（g）；

m_2——试样的质量，单位为克（g）；

ω——标样中多效唑的质量分数，% 。

4.3.2.7 允许差

多效唑质量分数的两次平行测定结果之差，应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 仪器和器具

称量瓶：内径 50 mm，高 20 mm；

烘箱：100℃±2℃；

干燥器

4.4.2 操作步骤

将称量瓶放入100℃±2℃的烘箱中烘1 h，然后放入干燥器中冷却至室温称量（精确至0.0001 g）。重复上述步骤，直至称量瓶恒重为止。在称量瓶中称入10 g试样（铺平称量，精确至0.0001 g）。将称量瓶放回烘箱，不加盖烘1 h，盖上盖，取出并放入干燥器内冷却0.5 h称量（精确至0.0001 g）。重复上述操作，直至称量瓶和试样恒重为止。

4.4.3 计算

试样中的干燥减量 ω_2（%）按式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \qquad (3)$$

式中：

m_0——称量瓶恒重质量，单位为克（g）；

m_1——试样和称量瓶质量，单位为克（g）；

m_2——试样和称量瓶恒重质量，单位为克（g）。

4.5 pH值的测定

按GB/T 1601进行。

4.6 丙酮不溶物的测定

按GB/T 19138进行。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收，应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 多效唑原药的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定。多效唑原药应用清洁的塑料桶或衬塑铁桶包装，注意不能使其直接接触金属。每桶净含量一般50kg或200 kg。

5.2 也可根据用户要求或订货协议，采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

5.3 多效唑原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4 贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.5 **安全**：本品属低毒类农药，吞噬和吸入均有毒。使用本品时要戴护镜和胶皮手套以及其它必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品，应立即用大量清水冲洗。误服者立即送医院急救。

5.6 **验收期**：多效唑原药的验收期为1个月。从交货之日起，在1个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。
